

**Material for dyeing fibres, especially human hair, obtained by mixing two components, one containing a 4-nitro-2,1,3-benzoxadiazole, -benzthiadiazole or -benzselenadiazole derivative, and the other a CH-active compound**

**Patent number:** DE10114426  
**Publication date:** 2002-09-26  
**Inventor:** UMBRICKT GISELA (CH); BRAUN HANS-JUERGEN (CH); OBERSON SYLVIANE (CH); MUELLER CATHERINE (CH)  
**Applicant:** WELLA AG (DE)  
**Classification:**  
- **International:** A61K8/49; A61Q5/10; A61K8/30; A61Q5/10; (IPC1-7): A61K7/13  
- **European:** A61K8/49F; A61Q5/10  
**Application number:** DE20011014426 20010324  
**Priority number(s):** DE20011014426 20010324

[Report a data error here](#)**Abstract of DE10114426**

Material for dyeing fibres is obtained by mixing a 4-nitro-2,1,3-benzoxadiazole, -benzthiadiazole or -benzselenadiazole derivative with a component with a CH-active compound. Material (A) for dyeing fibres, obtained by mixing a component (A1) which contains compound(s) of formula (I) and a component (A2) which contains CH-active compound(s) of formula (II)-(XI). X = H, halogen, methoxy or ethoxy; Y = O, S or Se; Z1, Z2 = N or NO; R1, R2 = H, halogen, 1-4C alkyl, monohaloalkyl or alkoxy, nitro, acetamido or NRaRb; Ra, Rb = H, 1-4C alkyl, an optionally substituted carbocyclic aromatic group or 1-4C alkanecarbonyl, or Ra, Rb and the linking nitrogen may form an optionally unsaturated 3-6C heterocyclic group; R3, R4 = CN or COR5; R5 = H, hydroxyl, amino, 1-4C alkoxy or alkylamino, 1-6C alkyl or aryl; R6, R7, R9- R12 = H, 1-6C alkyl, hydroxyalkyl or aminoalkyl, 2-6C polyhydroxy-alkyl, (1-6C alkoxy)-(1-6C alkyl), poly-(1-6C alkoxy)-(2-6C alkyl), or a carbocyclic or heterocyclic, optionally substituted aromatic residue (Ar); A = O or NR8; R8 = H or 1-6C alkyl; D = O or S; R13 = H, CN, optionally substituted 1-6C alkyl, Ar or -COR5; E, G = O, S or NR'; R' = H or optionally substituted 1-6C alkyl; R14, R16 = H, CN, halogen, hydroxyl, nitro, 1-6C alkyl, hydroxyalkyl or aminoalkyl, 2-6C polyhydroxyalkyl, (1-6C alkoxy)-(1-6C alkyl), poly-(1-6C alkoxy)-(2-5C alkyl), Ar, a carboxamide or a sulfonamide; R15 = H, optionally substituted 1-6C alkyl or Ar; and V = O or NR'. Independent claims are included for: (1) material (A) for dyeing fibres, obtained by mixing two components, one of which is a powder containing solid compounds (I) and solid compounds (II-XI), optionally with other conventional cosmetic additives (powders) and the other is water or a liquid preparation containing other ingredients; (2) a method for dyeing hair by mixing components (A1) and (A2) (optionally with the addition of sodium carbonate) just before use, applying the mixture to the hair, leaving to act for 5-60 minutes, rinsing with water at 20-50 deg C, optionally washing with shampoo and then drying; and (3) a multi-component kit for dyeing hair, comprising a component containing (A1), a component containing (A2) and optionally a component for adjusting pH.

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



**19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 101 14 426 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**A 61 K 7/13**

②1 Aktenzeichen: 101 14 426.1  
②2 Anmeldetag: 24. 3. 2001  
④3 Offenlegungstag: 26. 9. 2002

⑦) Anmelder:

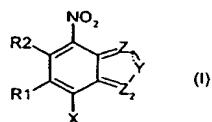
⑦2 Erfinder:  
Umbricht, Gisela, Dr., Marly, CH; Braun,  
Hans-Jürgen, Dr., Überstorf, CH; Oberson,  
Sylviane, Ecuvillens, CH; Müller, Catherine, Marly,  
CH

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

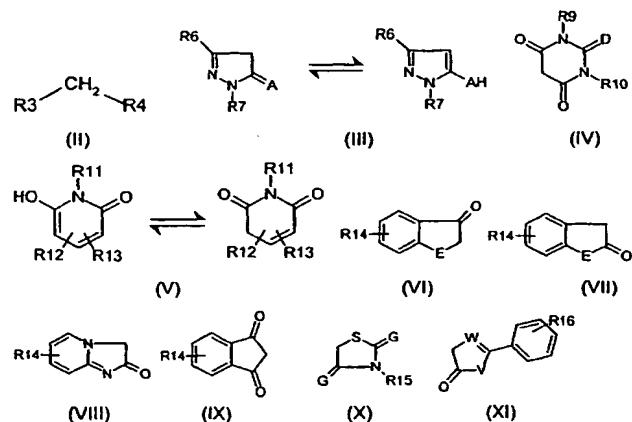
## 54 Mittel und Verfahren zur Färbung von Keratinfasern

57 Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Mittel zur Färbung von Fasern (A), welches durch Vermischen zweier Komponenten (A1) und (A2) hergestellt wird und dadurch gekennzeichnet ist, dass die Komponente (A1) mindestens eine Verbindung der Formel (I) enthält,

ein Mehrkomponenten-Kit sowie ein Verfahren zum Färben von Haaren unter Verwendung dieses Mittels.



und die Komponente (A2) mindestens eine CH-aktive Verbindung der Formeln (II) bis (XI) enthält; mit



# DE 101 14 426 A 1

## Beschreibung

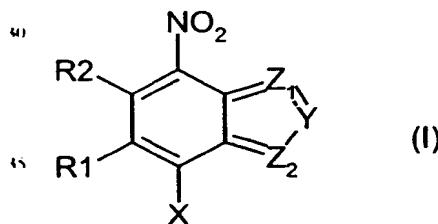
[0001] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Mittel zur Färbung von Keratinfasern, wie zum Beispiel Seide, Wolle oder Haaren und insbesondere menschlichen Haaren, welches eine Kombination aus (i) mindestens einem 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazol-Derivat, einem 4-Nitro-2,1,3-benzthiadiazol-Derivat oder einem 4-Nitro-2,1,3-benzoselenadiazol-Derivat und (ii) mindestens einer CH-aktiven Verbindung enthält, sowie ein Verfahren zum Färben von Keratinfasern unter Verwendung dieses Färbemittels.

[0002] Haarfärbemittel werden je nach zu färbender Ausgangshaarfarbe und gewünschtem Endresultat hauptsächlich in den Bereich der Oxidationsfärbemittel oder der Tönungen unterteilt. Oxidationshaarfarben eignen sich hervorragend für die Abdeckung von höheren Grauanteilen, hierbei werden die bei einem Grauanteil von bis zu 50% verwendeten Oxidationsfärbemittel in der Regel als oxidative Tönungen bezeichnet, während die bei einem Grauanteil von über 50% oder zum "Hellerfarben" verwendeten Oxidationsfärbemittel in der Regel als sogenannte oxidative Farben bezeichnet werden. Direktziehende Farbstoffe sind hauptsächlich in nicht-oxidativen Färbemitteln (sogenannten Tönungsmitteln) enthalten. Einige direktziehende Farbstoffe wie z. B. die Nitrofarbstoffe, können aufgrund ihrer geringen Größe in das Haar eindringen und es – zumindest in den äußeren Bereichen – direkt anfärbten. Derartige Tönungen sind sehr haarschonend und überstehen in der Regel 6 bis 8 Haarwäschen. Direktziehende Farbstoffe, insbesondere Nitrofarbstoffe werden ebenfalls oft in oxidativen Färbemitteln zur Erzeugung bestimmter Nuancen beziehungsweise zur Intensivierung der Farbe eingesetzt.

[0003] Es besteht jedoch weiterhin ein großer Bedarf für Färbemittel, die unter milden Bedingungen sowohl intensive als auch schonende Färbungen ermöglichen.

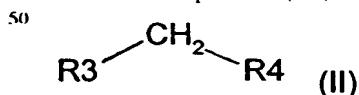
[0004] Überraschenderweise wurde nunmehr gefunden, dass durch die Verwendung einer Kombination aus (i) mindestens einem 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazol-Derivat, einem 4-Nitro-2,1,3-benzthiadiazol-Derivat oder einem 4-Nitro-2,1,3-benzoselenadiazol-Derivat und (ii) mindestens einer CH-aktiven Verbindung auf schonende Weise und unter milden Bedingungen intensive Färbungen mit einer großen Nuancenvielfalt ermöglicht werden.

[0005] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Mittel zur Färbung von Fasern (A), wie zum Beispiel Wolle, Seide, Baumwolle oder Haaren und insbesondere menschlichen Haaren, welches durch Vermischen zweier Komponenten (A1) und (A2) hergestellt wird und dadurch gekennzeichnet ist, dass die Komponente (A1) mindestens eine Verbindung der Formel (I) enthält,



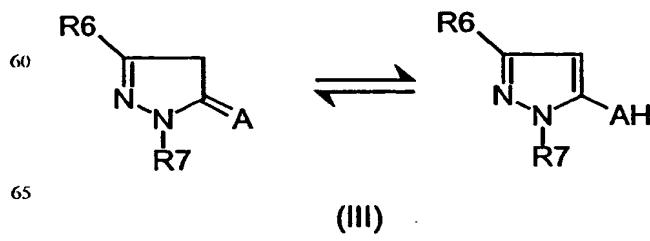
45

worin X gleich einem Wasserstoffatom, einem Halogenatom (F, Cl, Br, I), einer Methoxy-Gruppe oder einer Ethoxy-Gruppe ist; Y gleich einem Sauerstoffatom, einem Schwefelatom oder einem Selenatom ist; Z1 und Z2 gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander Stickstoff oder Stickstoffmonoxid (NO) bedeuten; und R1 und R2 gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander Wasserstoff, ein Halogenatom (F, Cl, Br, I), eine (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylgruppe, eine mit einem Halogenatom (F, Cl, Br, I) substituierte (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylgruppe, eine (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkoxygruppe, eine Nitrogruppe, eine Acetamidogruppe oder eine NR<sup>a</sup>R<sup>b</sup>-Gruppe, wobei die Reste R<sup>a</sup> und R<sup>b</sup> gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander Wasserstoff, eine (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylgruppe, einen gegebenenfalls substituierten aromatischen Carbozyklus oder eine (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkancarbonylgruppe darstellen, oder R<sub>a</sub> und R<sup>b</sup> gemeinsam mit dem Stickstoffatom einen gesättigten oder ungesättigten heterozyklischen (C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>)-Rest (beispielsweise eine Imidazolidino-, Piperidino-, Pyrrolidino-, Pyrazolidino-, Piperazino- oder Morpholino-Gruppe) bilden; und die Komponente (A2) mindestens eine CH-aktive Verbindung der Formeln (II) bis (XI) enthält; mit



55

worin R3 und R4 gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander eine Cyanogruppe, eine Carbonylfunktion (CO)-R<sub>5</sub>, mit R<sub>5</sub> gleich Wasserstoff, einer Hydroxygruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkoxygruppe, einer Aminogruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylaminogruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkylgruppe oder einer Arylgruppe, bedeuten;



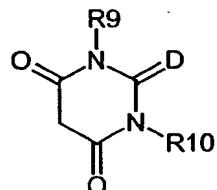
65

worin R6 und R7 gleich oder verschieden sein können und Wasserstoff, einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Al-

# DE 101 14 426 A 1

5 kylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, oder eine carbozyklische oder heterozyklische, substituierte oder unsubstituierte aromatische Verbindung darstellen,

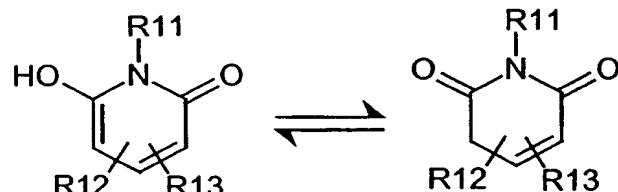
10 A gleich einem Sauerstoffatom oder einer Aminogruppe NR<sub>8</sub>, mit R<sub>8</sub> gleich einem Wasserstoffatom oder einem C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, ist;



15 (IV)

20 worin R9 und R10 gleich oder verschieden sein können und Wasserstoff, einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, oder eine carbozyklische oder heterozyklische, substituierte oder unsubstituierte aromatische Verbindung darstellen,

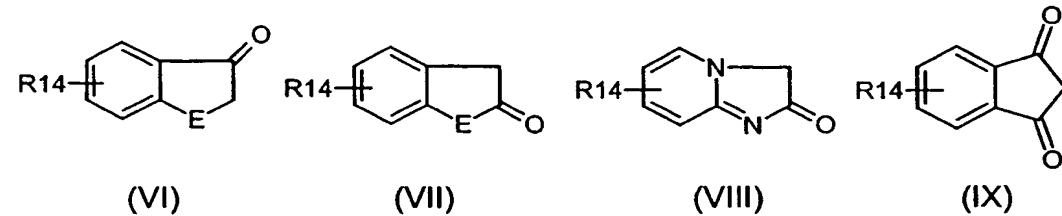
25 und D gleich einem Schwefelatom oder Sauerstoffatom ist;



30 (V)

35 worin R11 und R12 gleich oder verschieden sein können und Wasserstoff, einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, oder eine carbozyklische oder heterozyklische, substituierte oder unsubstituierte aromatische Verbindung darstellen, und

40 R13 gleich einem Wasserstoffatom, einer Nitrilgruppe, einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einer carbozyklischen oder heterozyklischen, substituierten oder unsubstituierten aromatischen Verbindung oder einer Carbonylfunktion (CO)-R<sub>5</sub> ist, mit R<sub>5</sub> gleich Wasserstoff, einer Hydroxygruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkoxygruppe, einer Aminogruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylaminogruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkylgruppe oder einer Arylgruppe;



45 (VI)

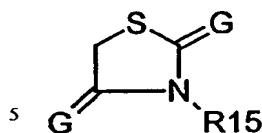
(VII)

(VIII)

(IX)

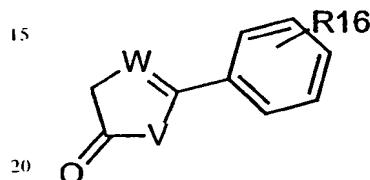
55 worin E gleich einem Sauerstoffatom, Schwefelatom oder einer Aminogruppe NR' ist, mit R' gleich Wasserstoff oder einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, und

60 R14 eine Cyanogruppe, ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom (Cl, Br, J), eine Hydroxygruppe, eine Nitrogruppe, einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, eine carbocyclische oder heterocyclische aromatische Verbindung, ein Carboxamid oder ein Sulfonamid darstellt;



(X)

10 worin G gleich einem Sauerstoffatom, einem Schwefelatom oder einer Aminogruppe NR' ist, mit R' gleich Wasserstoff oder einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, und  
 R15 gleich Wasserstoff, einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, oder einer carbozyklischen oder heterozyklischen, substituierten oder unsubstituierten aromatischen Verbindung ist;



(XI)

25 worin V gleich einem Sauerstoffatom oder einer Aminogruppe NR ist, mit R' gleich Wasserstoff oder einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, und  
 R16 eine Cyanogruppe, ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom (Cl, Br, J), eine Hydroxygruppe, eine Nitrogruppe, einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkylrest, eine carbocyclische oder heterocyclische aromatische Verbindung, ein Carboxamid oder ein Sulfonamid darstellt.

[0006] Unter den Verbindungen der Formel (I) sind insbesondere die folgenden 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazole, 4-Nitro-2,1,3-benzthiadiazole und 4-Nitro-2,1,3-benzoselenadiazole zu nennen:  
 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4,6-Dinitro-2,1,3-benzoxadiazol; 5-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 5-Brom-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Nitro-5-diethylamino-2,1,3-benzoxadiazol; 5-Amino-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Nitro-5-(1-piperidinyl)-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazol-3-oxid; 4-Nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4,5-Dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 6-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Brom-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 6-Brom-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Chlor-4,6-dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Brom-4,6-dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Anilino-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Amino-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-(Diethylamino)-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 6-Methyl-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-(Brommethyl)-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; N-(4-Nitro-2,1,3-benzthiadiazol-5-yl)-acetamid; 4-Nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5-Brom-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5-Methyl-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5-(Brommethyl)-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 4-Chlor-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Brom-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Fluor-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Methoxy-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Ethoxy-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Chlor-5,7-dinitro-2,1,3-benzoxadiazol; 5,7-Dichlor-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 5,7-Dibrom-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 7-Chlor-4-nitro-5-diethylamino-2,1,3-benzoxadiazol; 5-Amino-7-chlor-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 7-Chlor-4-nitro-5-(1-piperidinyl)-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Chlor-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Brom-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Methoxy-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Ethoxy-7-nitro-2,1,3-benzoxathiazol; 4-Chlor-5,7-dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Brom-5-methyl-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Chlor-5-methyl-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Chlor-5-(brommethyl)-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; N-(7-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol-5-yl)-acetamid; 4-Chlor-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 4-Brom-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 4-Methoxy-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 4-Ethoxy-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5,7-Dibrom-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5,7-Dichlor-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 7-Brom-5-methyl-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol und 7-Brom-5-(brommethyl)-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; wobei die folgenden Verbindungen besonders bevorzugt sind: 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Chlor-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazol-3-oxid; 4-Brom-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Chlor-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Brom-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Chlor-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol und 4-Brom-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol.

[0007] Die Verbindungen der Formel (I) sind zum Teil im Handel erhältlich. Die Verbindungen der Formel (I) können jedoch auch nach aus der Literatur bekannten Syntheseverfahren, beispielsweise in Analogie zu den in Journal of Organic Chemistry 36 (1), (1971), Seiten 207–209; in Recueil Trav. Chim. Pays-Bas, 86 (12), Seiten 1159–1181 (1967); in Journal of Medicinal Chemistry, Vol. 17 (2), Seiten 203–206 (1974); in Journal of the Chemical Society (B), (1967), Seiten 909–911, oder in der US-PS 3 577 427 beschriebenen Verfahren hergestellt werden.

[0008] Als CH-aktive Verbindungen der allgemeinen Formeln (II) bis (XI) können insbesondere die folgenden Verbin-

# DE 101 14 426 A 1

dungen genannt werden: Malonsäuredinitril, Cyanessigsäure, Cyanessigsäuremethylester, Cyanessigsäureethylester, Malonsäuredimethylester, Malonsäurediethylester, Acetessigsäure und scinc Ester, Cyclohexan-1,3-dion, Pivaloylacetonitril, 2,4-Dihydro-5-methyl-2-phenyl-3H-pyrazol-3-on, 2-Cyano-1-methyl-4-nitrobenzol, 2-Cyan-acetamid, 1,2,3,3-Tetramethyl-3H-indoliumjodid, 1,2,3,3-Tetramethyl-3H-indolium-p-toluolsulfonat, 1,3,3-Trimethyl-2-methylenindolin, 2,3-Dimethylbenzthiazoliumjodid, 2,3-Dimethylbenzthiazolium-p-toluolsulfonat, Rhodanin, Rhodanin-3-essigsäure, 1-Ethyl-2-chinaldiniumjodid, 1,4-Dimethylchinoliniumjodid, 1-Methyl-2-chinaldiniumjodid, Barbitursäure, Thiobarbitursäure, 1,3-Dimethylthiobarbitursäure, Oxindol, Cumaranon, 1-Methyl-3-phenyl-2-pyrazolinon, 3-Methyl-5-pyrazolon, 1,3-Dimethylpyrazolinon, 1,3-Dihydroindol-2-on, 3H-Benzofuran-2-on, 2-Phenyl-3,5-dihydroimidazol-4-on, 3-Indoxylacetat und 1,3-Indandion; wobei die folgenden Verbindungen besonders bevorzugt sind: Malonsäuredinitril, Cyanessigsäure, Cyanessigsäuremethylester, Cyanessigsäureethylester, Malonsäuredimethylester, Malonsäurediethylester, Cyclohexandion, Pivaloylacetonitril, 2,4-Dihydro-5-methyl-2-phenyl-3H-pyrazol-3-on, 2-Cyano-1-methyl-4-nitrobenzol, 2-Cyanacetamid und Barbitursäure.

[0009] Die Verbindungen der Formel (I) und die CH-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) werden getrennt voneinander aufbewahrt und erst kurz vor der Anwendung miteinander vermischt. Es ist jedoch auch möglich, sofern die Verbindungen der Formel (I) und die CH-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) in fester Form vorliegen, diese gemeinsam (gegebenenfalls mit weiteren üblichen pulverförmigen kosmetischen Zusatzstoffen) abzupacken und das gebrauchsfertige Färbemittel (A) kurz vor der Anwendung durch Vermischen der Verbindungen der Formel (I) und der CH-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) mit Wasser oder einer die übrigen Bestandteile des Mittels enthaltenden flüssigen Zubereitung herzustellen.

[0010] Weiterhin kann das erfindungsgemäße Färbemittel zusätzlich zu den Verbindungen der Formel (I) sowie den CII-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) in der Komponente (A2) sowie der gebrauchsfertigen Zubereitung (A) gegebenenfalls weitere übliche, physiologisch unbedenkliche, direktziehende Farbstoffe aus der Gruppe der kationischen und anionischen Farbstoffe, der Dispersionsfarbstoffe, der Azofarbstoffe, der Chinonfarbstoffe und der Triphenylmethanfarbstoffe enthalten, sofern diese Farbstoffe keine freien Hydroxy- oder Aminofunktionen aufweisen.

[0011] Diese direktziehenden Farbstoffe können in der Komponente (A2) in einer Gesamtmenge von etwa 0,02 bis 20 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,2 bis 10 Gewichtsprozent, eingesetzt werden, wobei die Gesamtmenge an direktziehenden Farbstoffen in dem durch Vermischen der Komponenten (A1) und (A2) erhaltenen gebrauchsfertigen Färbemittel (A) etwa 0,01 bis 10 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,1 bis 5 Gewichtsprozent, beträgt.

[0012] Das erfindungsgemäße Färbemittel besteht in der Regel aus einer Mischung der Komponenten (A1) und (A2), nämlich einer Komponente (A1), welche die Verbindung der Formel (I) enthält, und einer weiteren Komponente (A2), welche die CH-aktive Verbindung der Formeln (II) bis (XI) enthält.

[0013] Die Verbindungen der Formel (I) sowie die CH-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) sind in der jeweiligen Komponente (Komponente (A1) beziehungsweise Komponente (A2)) jeweils in einer Gesamtmenge von etwa 0,02 bis 20 Gewichtsprozent, vorzugsweise etwa 0,2 bis 10 Gewichtsprozent, enthalten, wobei in dem gebrauchsfertigen Färbemittel (A) die Verbindungen der Formel (I) sowie die CH-aktive Verbindung der Formeln (II) bis (XI) jeweils in einer Gesamtmenge von etwa 0,01 bis 10 Gewichtsprozent, vorzugsweise etwa 0,1 bis 5 Gewichtsprozent, enthalten sind.

[0014] Die Zubereitungsform für die Komponenten (A1) und (A2) sowie des gebrauchsfertigen Färbemittels (A) kann beispielsweise eine Lösung, insbesondere eine wässrige oder wässrig-alkoholische Lösung, eine Creme, ein Gel oder eine Emulsion sein. Ihre Zusammensetzung stellt eine Mischung der Verbindungen der Formel (I) beziehungsweise der CII-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) mit den für solche Zubereitungen üblichen Zusätzen dar.

[0015] Übliche in Färbemitteln verwendete Zusätze in Lösungen, Cremes, Emulsionen, Gelen oder Aerosolschäumen sind zum Beispiel Lösungsmittel wie Wasser, niedere aliphatische Alkohole, beispielsweise Ethanol, n-Propanol und Isopropanol oder Glykole wie Glycerin und 1,2-Propandiol, weiterhin Netzmittel oder Emulgatoren aus den Klassen der anionischen, kationischen, amphoteren oder nichtionogenen oberflächenaktiven Substanzen wie Fettalkoholsulfate, oxythierte Fettalkoholsulfate, Alkylsulfonate, Alkylbenzolsulfonate, Alkyltrimethylammoniumsalze, Alkylbetaine, oxythierte Fettalkohole, oxythierte Nonylphenole, Fettsäurealkanolamide, oxythierte Fettalkohole, oxythierte Nonylphenole, Fettsäurealkanolamide, oxythierte Fettsäureester, ferner Verdicker wie höhere Fettalkohole, Stärke oder Cellulosederivate, Parfüme, Haarvorbehandlungsmittel, Konditionierer, Haarquellmittel, Konservierungsstoffe, weiterhin Vaseline, Paraffinöl und Fettsäuren sowie außerdem Pflegestoffe wie kationische Harze, Lanolinderivate, Cholesterin, Pantothensäure und Betain. Die erwähnten Bestandteile werden in den für solche Zwecke üblichen Mengen verwendet, zum Beispiel die Netzmittel und Emulgatoren und Verdicker in einer Konzentration von jeweils etwa 0,5 bis 30 Gewichtsprozent (jeweils bezogen auf die Komponente (A1) bzw. (A2)) und die Pflegestoffe in einer Konzentration von etwa 0,1 bis 5 Gewichtsprozent (jeweils bezogen auf die Komponente (A1) bzw. (A2)).

[0016] Der pH-Wert des gebrauchsfertigen Färbemittels (A) beträgt etwa 3 bis 12, vorzugsweise etwa 4 bis 10, und stellt sich in der Regel bei der Mischung der Komponente (A1) mit der Komponente (A2) ein.

[0017] Zur Einstellung des für die Färbung gewünschten pH-Wertes der Komponenten (A1) und (A2) sowie des gebrauchsfertigen Färbemittels (A) können – falls erforderlich – alkalisierende Mittel, wie zum Beispiel Alkalihydroxide, Erdalkalihydroxide, Alkaliacetate, Erdalkaliacetate, Alkalicarbonate oder Erdalkalicarbonate, oder Säuren, wie zum Beispiel Milchsäure, Essigsäure, Weinsäure, Phosphorsäure, Salzsäure, Zitronensäure, Ascorbinsäure und Borsäure, verwendet werden.

[0018] Das gebrauchsfertige Färbemittel wird unmittelbar vor der Anwendung durch Vermischen der Komponenten (A1) und (A2) – gegebenenfalls unter Zusatz von Natriumcarbonat – hergestellt und sodann auf die Faser, insbesondere menschliche Haare, aufgetragen. Je nach gewünschter Farbtiefe lässt man diese Mischung etwa 5 bis 60 Minuten, vorzugsweise etwa 15 bis 30 Minuten, bei einer Temperatur von etwa 20 bis 50°C, insbesondere bei etwa 30 bis 40°C einwirken. Anschließend wird die Faser mit Wasser gespült, gegebenenfalls mit einem Shampoo gewaschen und sodann getrocknet.

[0019] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Mehrkomponenten-Kit, bestehend aus einem Mittel der Komponente (A1), einem Mittel der Komponente (A2), sowie gegebenenfalls einem Mittel zur Einstellung des pH-

# DE 101 14 426 A 1

Wertes. Selbstverständlich können auch die Mittel der Komponenten (A1) und (A2) aus mehreren Einzelkomponenten bestehen, welche erst unmittelbar vor der Anwendung miteinander vermischt werden. Ebenfalls ist ein Mehrkomponenten-Kit möglich, dessen 1. Komponente aus einer die Verbindungen der Formel (I) sowie die CH-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) und gegebenenfalls weitere übliche pulverförmige kosmetische Zusatzstoffe enthaltenden Pulver besteht, und dessen 2. Komponente Wasser oder eine flüssige kosmetische Zubereitung ist. Besonders bevorzugt ist jedoch ein 2-Komponenten-Kit, bestehend aus einem Mittel der Komponente (A1) und einem Mittel der Komponente (A2).

5 [0020] Das erfundungsgemäße Färbemittel ermöglicht eine schonende, gleichmäßige und dauerhafte Färbung der Fasern, insbesondere von Keratinfasern, wie zum Beispiel menschlichen Haaren, wobei eine breite Farbpalette von gelben bis blauen beziehungsweise braun-schwarzen Farbtönen möglich ist.

10 [0021] Die nachfolgenden Beispiele sollen den Gegenstand näher erläutern, ohne ihn auf diese Beispiele zu beschränken.

## Beispiele

15

### Beispiel 1 bis 5

#### Komponente (A1)

20 0,25 g 7-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol  
5,00 g Ethanol  
4,00 g Decylpolyglucose (Plantaren® 2000), wässrige Lösung  
0,20 g Ethylenediaminetetraessigsäure-Dinatriumsalz-Hydrat  
ad 100,00 g Wasser, vollentsalzt

25

#### Komponente (A2)

X g CH-aktive Verbindung gemäß Tabelle 1

30 [0022] Bei Raumtemperatur (20–25°C) oder unter leichtem Erwärmen (35–40°C) wird die vorstehend genannte (Komponente (A1) mit der die CH-aktive Verbindung enthaltenden Komponente (A2) – gegebenenfalls unter Zusatz einer Spatelspitze Natriumcarbonat – homogen vermischt. Der pH-Wert wird – falls erforderlich – mit Natronlauge, Natriumcarbonat, Ammoniak oder Zitronensäure auf den gewünschten Wert eingestellt.

35 [0023] Das so erhaltene gebrauchsfertige Haarfärbemittel wird auf das Haar aufgetragen und mit einem Pinsel gleichmäßig verteilt. Nach einer Einwirkungszeit von 30 Minuten bei 40°C wird das Haar mit lauwarmem Wasser gespült und sodann getrocknet.

[0024] Die Einsatzmenge der CH-aktiven Verbindung sowie die erhaltenen Färbungen sind in der nachfolgenden Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1

40

Beispiel Nr.	Verwendete CH- aktive Verbindung	pH- Wert	Farbton	Farbmeßwerte		
				L	a	b
1	1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon (0,22 g)	4,0	grün	20,50	-4,80	+0,36
2	4-Nitrobenzylcyanid (0,20 g)	11,3	braun	30,74	+9,04	+9,71
3	4-Nitrobenzylcyanid (0,20 g)	7,5	dunkelbraun	20,86	+6,17	+4,18
4	Malonsäuredinitril (0,15 g)	4,0	violett	24,21	+26,04	+2,34
5	Cyanessigsäure-ethylester (0,28g)	9,0	orange-rot	37,92	+33,94	+17,29

65

# DE 101 14 426 A 1

## Beispiel 6 bis 9

### Komponente (A1)

0,23 g 4-Nitro-2,1,3-benzthiadiazol  
 5,00 g Ethanol  
 4,00 g Decylpolyglucose (Plantaren® 2000), wässrige Lösung  
 0,20 g Ethylenediaminetetraessigsäure-Dinatriumsalz-Hydrat  
 ad 100,00 g Wasser, vollentsalzt

### Komponente (A2)

[0025] X g CH-aktive Verbindung gemäß Tabelle 2

[0026] Bei Raumtemperatur (20–25°C) oder unter leichtem Erwärmen (35–40°C) wird die vorstehend genannte Komponente (A1) mit der die CH-aktive Verbindung enthaltenden Komponente (A2) – gegebenenfalls unter Zusatz einer Spatelspitze Natriumcarbonat – homogen vermischt. Der pH-Wert wird – falls erforderlich – mit Natronlauge, Natriumcarbonat, Ammoniak oder Zitronensäure auf den gewünschten Wert eingestellt.

[0027] Das so erhaltene gebrauchsfertige Haarfärbemittel wird auf das Haar aufgetragen und mit einem Pinsel gleichmäßig verteilt. Nach einer Einwirkungszeit von 30 Minuten bei 40°C wird das Haar mit lauwarmem Wasser gespült und sodann getrocknet.

[0028] Die Einsatzmenge der CH-aktiven Verbindung sowie die erhaltenen Färbungen sind in der nachfolgenden Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2

Beispiel Nr.	Verwendete CH- aktive Verbindung	pH- Wert	Farbton	Farbmeßwerte		
				L	a	b
6	4-Nitrobenzylcyanid (0,20 g)	8,0	ocker	74,15	+0,17	+15,77
7	4-Nitrobenzylcyanid (0,20 g)	11,3	grünliches grau	47,10	-0,61	+7,16
8	Malonsäuredinitril (0,09 g)	12,0 (NaOH)	pink	35,45	+42,99	-7,06
9	3-Methyl-1-phenyl- 2-pyrazolin-5-on (0,225 g)	9,7 (NH <sub>3</sub> )	mintgrün	55,30	-2,79	+3,28

## Beispiel 10 und 11

### Komponente (A1)

0,23 g 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazol-3-oxid  
 5,00 g Ethanol  
 4,00 g Decylpolyglucose (Plantaren® 2000), wässrige Lösung  
 0,02 g Ethylenediaminetetraessigsäure-Dinatriumsalz-Hydrat  
 ad 100,00 g Wasser, vollentsalzt

### Komponente (A2)

X g CH-aktive Verbindung gemäß Tabelle 3

[0029] Bei Raumtemperatur (20–25°C) oder unter leichtem Erwärmen (35–40°C) wird die vorstehend genannte (Komponente (A1) mit der die CH-aktive Verbindung enthaltenden Komponente (A2) – gegebenenfalls unter Zusatz einer Spatelspitze Natriumcarbonat – homogen vermischt. Der pH-Wert wird – falls erforderlich – mit Natriumcarbonat, Natronlauge, Ammoniak oder Zitronensäure auf den gewünschten Wert eingestellt.

[0030] Das so erhaltene gebrauchsfertige Haarfärbemittel wird auf das Haar aufgetragen und mit einem Pinsel gleichmäßig verteilt. Nach einer Einwirkungszeit von 30 Minuten bei 40°C wird das Haar mit lauwarmem Wasser gespült und

sodann getrocknet.

[0031] Die Einsatzmenge der CH-aktiven Verbindung sowie die erhaltenen Färbungen sind in der nachfolgenden Tabelle 3 zusammengefasst.

5

Tabelle 3

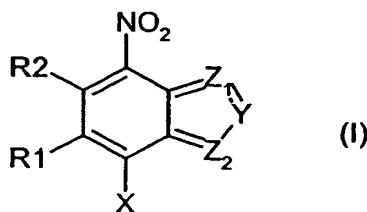
Beispiel Nr.	Verwendete CH-aktive Verbindung	pH- Wert	Farbton	Farbmeßwerte		
				L	a	b
10	Malonsäuredinitril (0,08 g)	10,6	violett	20,93	+32,61	-8,90
11	3-Methyl-1-phenyl-2- pyrazolin-5-on (0,225 g)	2,2	mintgrün	45,41	-8,10	-6,80

[0032] Die in den vorliegenden Beispielen angegebenen L\*a\*b\*-Farbmesswerte wurden mit einem Farbmessgerät der Firma Minolta, Typ Chromameter II, ermittelt. Hierbei steht der L-Wert für die Helligkeit (das heißt je geringer der L-Wert ist, umso grösser ist die Farbintensität), während der a-Wert ein Maß für den Rotanteil ist (das heißt je grösser der a-Wert ist, umso grösser ist der Rotanteil). Der b-Wert ist ein Maß für den Blauanteil der Farbe, wobei der Blauanteil umso grösser ist, je negativer der b-Wert ist.

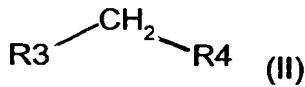
[0033] Alle Prozentangaben in der vorliegenden Anmeldung stellen, sofern nicht anders angegeben, Gewichtsprozente dar.

## Patentansprüche

1. Mittel zur Färbung von Fasern (A), welches durch Vermischen zweier Komponenten (A1) und (A2) hergestellt wird und **dadurch gekennzeichnet** ist, dass die Komponente (A1) mindestens eine Verbindung der Formel (I) enthält,



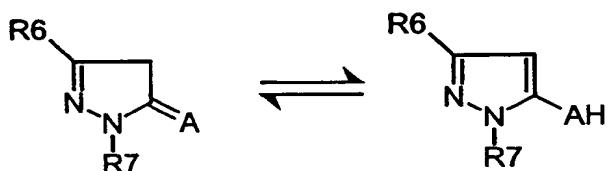
worin X gleich einem Wasserstoffatom, einem Halogenatom, einer Methoxy-Gruppe oder einer Ethoxy-Gruppe ist; Y gleich einem Sauerstoffatom, einem Schwefelatom oder einem Selenatom ist; Z1 und Z2 gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander Stickstoff oder Stickstoffmonoxid (NO) bedeuten; und R1 und R2 gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander Wasserstoff, ein Halogenatom, eine (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylgruppe, eine mit einem Halogenatom substituierte (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylgruppe, eine (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkoxygruppe, eine Nitrogruppe, eine Acetamidogruppe oder eine NR<sup>a</sup>R<sup>b</sup>-Gruppe, wobei die Reste R<sup>a</sup> und R<sup>b</sup> gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander Wasserstoff, eine (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylgruppe, einen gegebenenfalls substituierten aromatischen Carbozyklus oder eine (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkancarbonylgruppe darstellen, oder R<sup>a</sup> und R<sup>b</sup> gemeinsam mit dem Stickstoffatom einen gesättigten oder ungesättigten heterozyklischen (C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>)-Rest bilden; und die Komponente (A2) mindestens eine CH-aktive Verbindung der Formeln (II) bis (XI) enthält; mit



worin R3 und R4 gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander eine Cyanogruppe, eine Carbonylfunktion (CO)-R5, mit R5 gleich Wasserstoff, einer Hydroxygruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkoxygruppe, einer Aminogruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylaminogruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkylgruppe oder einer Arylgruppe, bedeuten;

60

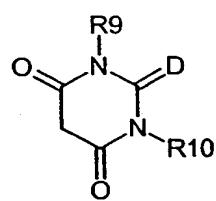
65



(III)

worin R6 und R7 gleich oder verschieden sein können und Wasserstoff, einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, oder eine carbozyklische oder heterozyklische, substituierte oder unsubstituierte aromatische Verbindung darstellen,

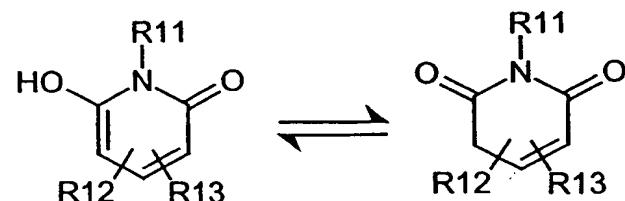
A gleich einem Sauerstoffatom oder einer Aminogruppe NR8, mit R8 gleich einem Wasserstoffatom oder einem C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, ist;



(IV)

worin R9 und R10 gleich oder verschieden sein können und Wasserstoff, einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, oder eine carbozyklische oder heterozyklische, substituierte oder unsubstituierte aromatische Verbindung darstellen,

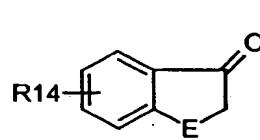
und D gleich einem Schwefelatom oder Sauerstoffatom ist;



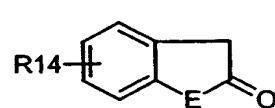
(V)

worin R11 und R12 gleich oder verschieden sein können und Wasserstoff, einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, oder eine carbozyklische oder heterozyklische, substituierte oder unsubstituierte aromatische Verbindung darstellen, und

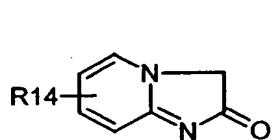
R13 gleich einem Wasserstoffatom, einer Nitrilgruppe, einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einer carbozyklischen oder heterozyklischen, substituierten oder unsubstituierten aromatischen Verbindung oder einer Carbonylfunktion (CO)-R5 ist, mit R5 gleich Wasserstoff, einer Hydroxygruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkoxygruppe, einer Aminogruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkylaminogruppe, einer (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkylgruppe oder einer Arylgruppe;



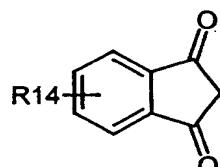
(VI)



(VII)



(VIII)



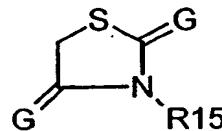
(IX)

worin E gleich einem Sauerstoffatom, Schwefelatom oder einer Aminogruppe NR' ist, mit R' gleich Wasserstoff oder einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, und R14 eine Cyanogruppe, ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine Hydroxygruppe, eine Nitrogruppe, einen ge-

# DE 101 14 426 A 1

radkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten

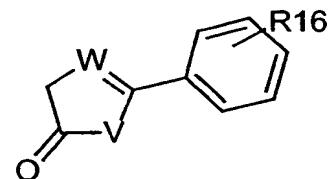
5 Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkylrest, eine carbocyclische oder heterocyclische aromatische Verbindung, ein Carboxamid oder ein Sulfonamid darstellt;



(X)

10 15 worin G gleich einem Sauerstoffatom, einem Schwefelatom oder einer Aminogruppe NR' ist, mit R' gleich Wasserstoff oder einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, und

R15 gleich Wasserstoff, einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> Alkylrest, oder einer carbozyklischen oder heterozyklischen, substituierten oder unsubstituierten aromatischen Verbindung ist;



(XI)

20 30 worin V gleich einem Sauerstoffatom oder einer Aminogruppe NR' ist, mit R' gleich Wasserstoff oder einem substituierten oder unsubstituierten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, und

R16 eine Cyanogruppe, ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom, eine Hydroxygruppe, eine Nitrogruppe, einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Monohydroxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Polyhydroxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Mono-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Poly-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-alkoxy-(C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>)-alkylrest, einen geradkettigen oder verzweigten Amino-(C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)-Alkylrest, eine carbocyclische oder heterocyclische aromatische Verbindung, ein Carboxamid oder ein Sulfonamid darstellt.

2. Mittel zur Färbung von Fasern (A), welches durch Vermischen zweier Komponenten hergestellt wird und dadurch gekennzeichnet ist, dass die eine Komponente pulverförmig ist und die in fester Form vorliegenden Verbindungen der Formel (I) gemäß Anspruch 1 sowie die in fester Form vorliegenden CH-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) und gegebenenfalls weitere übliche pulverförmige kosmetische Zusatzstoffe enthält und die andere Komponente Wasser oder eine die übrigen Bestandteile des Mittels enthaltende flüssige Zubereitung ist.

3. Mittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung der Formel (I) ausgewählt ist aus 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4,6-Dinitro-2,1,3-benzoxadiazol; 5-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 5-Brom-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Nitro-5-diethylamino-2,1,3-benzoxadiazol; 5-Amino-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Nitro-5-(1-piperidinyl)-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Nitro-2,1,3-benzoxadiazol-3-oxid; 4-Nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4,5-Dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 6-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Brom-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 6-Brom-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Chlor-4,6-dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Brom-4,6-dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Anilino-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Amino-4-nitro-2,1,3-benz-thiadiazol; 5-(Diethylamino)-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 6-Methyl-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol, 5-(Brommethyl)-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; N-(4-Nitro-2,1,3-benzthiadiazol-5-yl)-acetamid; 4-Nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5-Brom-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5-Methyl-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5-(Brommethyl)-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 4-Chlor-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Brom-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Ethoxy-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Chlor-5,7-dinitro-2,1,3-benzoxadiazol; 5,7-Dichlor-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4,5-Dichlor-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Chlor-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Brom-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Methoxy-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Ethoxy-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol; 4-Chlor-5,7-dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Brom-5,7-dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4,5-Dichlor-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5,7-Dichlor-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4,5-Dibrom-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5,7-Dibrom-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4,6-Dichlor-5,7-dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4,6-Dibrom-5,7-dinitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Chlor-7-fluoro-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Anilino-7-brom-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 5-Amino-7-chlor-4-nitro-2,1,3-benz-thiadiazol; 7-Brom-5-(diethylamino)-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Chlor-5-methyl-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 4-Brom-5-methyl-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; 7-Brom-5-(brommethyl)-7-nitro-2,1,3-benzthiadiazol; N-(7-Chlor-4-nitro-2,1,3-benzthiadiazol-5-yl)-acetamid; 4-Chlor-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 4-Brom-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 4-Methoxy-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 4-Ethoxy-7-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5,7-Dibrom-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 5,7-Di-

# DE 101 14 426 A 1

chlor-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol; 7-Brom-5-methyl-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol und 7-Brom-5-(brom-methyl)-4-nitro-2,1,3-benzoselenadiazol.

4. Mittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die CH-aktive Verbindung der Formeln (II) bis (XI) ausgewählt ist aus Malonsäuredinitril, Cyanessigsäure, Cyanessigsäuremethylester, Cyanessigsäureethylester, Malonsäuredimethylester, Malonsäurediethylester, Acetessigsäure und ihren Estern, Cyclohexan-1,3-dion, Pivaloy-lacetonitril, 2,4-Dihydro-5-methyl-2-phenyl-3H-pyrazol-3-on, 2-Cyano-1-methyl-4-nitrobenzol, 2-Cyan-acetamid, 1,2,3,3-Tetramethyl-3H-indolumjodid, 1,2,3,3-Tetramethyl-3H-indolum-p-toluolsulfonat, 1,3,3-Trimethyl-2-methylenindolin, 2,3-Dimethylbenzthiazolumjodid, 2,3-Dimethylbenzthiazolum-p-toluolsulfonat, Rhodanin, Rhodanin-3-essigsäure, 1-Ethyl-2-chinaldiniumjodid, 1,4-Dimethylchinoliniumjodid, 1-Methyl-2-chinaldiniumjodid, Barbitursäure, Thiobarbitursäure, 1,3-Dimethylthiobarbitursäure, Oxindol, Cumaranon, 1-Methyl-3-phenyl-2-pyrazolinon, 3-Methyl-5-pyrazolon, 1,3-Dimethylpyrazolinon, 1,3-Dihydroindol-2-on, 3H-Benzofuran-2-on, 2-Phenyl-3,5-dihydroimidazol-4-on, 3-Indoxylacetat und 1,3-Indandion.

5. Mittel nach einem der Ansprüche 1, 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass es die Verbindungen der Formel (I) sowie die CH-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) in der Komponente (A1) beziehungsweise (A2) jeweils in einer Gesamtmenge von 0,02 bis 20 Gewichtsprozent enthält.

6. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass es die Verbindungen der Formel (I) und die CH-aktiven Verbindungen der Formeln (II) bis (XI) in dem gebrauchsfertigen Färbemittel (A) jeweils in einer Gesamtmenge von 0,01 bis 10 Gewichtsprozent enthält.

7. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass es zusätzlich 0,02 bis 20 Gewichtsprozent mindestens eines physiologisch unbedenklichen, keine freien Hydroxy- oder Aminofunktionen aufweisenden, direktziehenden Farbstoffes aus der Gruppe der kationischen und anionischen Farbstoffe, der Dispersionsfarbstoffe, der Azofarbstoffe, der Chinonfarbstoffe und der Triphenylmethanfarbstoffe enthält.

8. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das gebrauchsfertige Färbemittel (A) einen pH-Wert von 3 bis 12 aufweist.

9. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass es ein Haarfärbemittel ist.

10. Verfahren zum Färben von Haaren bei dem das gebrauchsfertige Färbemittel (A) unmittelbar vor der Anwendung durch Vermischen zweier Komponenten (A1) und (A2) – gegebenenfalls unter Zusatz von Natriumcarbonat – hergestellt und sodann auf die Haare aufgetragen wird und nach einer Einwirkungszeit von 5 bis 60 Minuten bei einer Temperatur von 20 bis 50°C das Haar mit Wasser gespült, gegebenenfalls mit einem Shampoo gewaschen und sodann getrocknet wird, dadurch gekennzeichnet, dass ein durch Vermischen zweier Komponenten (A1) und (A2) erhältliches Färbemittel (A) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 verwendet wird.

11. Mehrkomponenten-Kit zum Färben von Haaren, bestehend aus einem Mittel der Komponente (A1) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 und einem Mittel der Komponente (A2) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9, sowie gegebenenfalls einem Mittel zur Einstellung des pH-Wertes.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

**- Leerseite -**